

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-257025  
(43)Date of publication of application : 08.10.1993

(51)Int.Cl. G02B 6/24  
C09J163/00

(21)Application number : 04-053065 (71)Applicant : ASAHI CHEM IND CO LTD  
(22)Date of filing : 12.03.1992 (72)Inventor : KATSUTA SHIGEKI

**(54) ADHESIVE FOR OPTICAL FIBER****(57)Abstract:**

**PURPOSE:** To ensure excellent heat resistance and to inhibit the reduction of light retentivity in a cured state after adhesion to an optical fiber by using epoxy resin and an arom. prim. amine compd. as a curing agent.

**CONSTITUTION:** Epoxy resin and an arom. prim. amine compd. as a curing agent are used. The epoxy resin is a compd. having two or more epoxy groups in one molecule and glycidyl ether type epoxy resin obtd. by allowing polyhydric phenol such as bisphenol A or bisphenol E to react with epichlorohydrin may be used as the epoxy resin. The arom. prim. amine compd. is an amine compd. derived from an arom. diamine such as m-phenylenediamine or diaminodiphenylmethane or an arom. polyamine. The epoxy resin is mixed with the arom. prim. amine compd. and the resulting adhesive is preferably applied to an optical fiber.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 01.03.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3128314

[Date of registration] 10.11.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-257025

(43)公開日 平成5年(1993)10月8日

(51)Int.Cl. G 02 B 6/24 C 09 J 163/00	識別記号 J F K	庁内整理番号 8830-4 J 7139-2K	F I G 02 B 6/ 24	技術表示箇所
---	---------------	-------------------------------	---------------------	--------

審査請求 未請求 請求項の数1(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平4-53065	(71)出願人 000000033 旭化成工業株式会社 大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号
(22)出願日 平成4年(1992)3月12日	(72)発明者 勝田 成樹 千葉県君津郡袖ヶ浦町中袖5番1 旭化成 工業株式会社内

(54)【発明の名称】光ファイバ用接着剤

(57)【要約】

【目的】 本発明は、光ファイバに悪影響を与えず、しかも耐熱性に優れた光ファイバ用接着剤に関するものである。

【構成】 エポキシ樹脂と、芳香族第一アミン化合物とを含むことを特徴とする光ファイバ用接着剤。

【効果】 本発明の光ファイバ用接着剤は耐熱性に優れ、しかも光ファイバへの悪影響が少ない。例えば、プラスチック光ファイバへ接着固化した状態で、125°Cの高温下に長時間放置しておいても、光保持率の低下は小さいという優れた特性をもつ。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 エポキシ樹脂と芳香族第一アミン化合物とを含むことを特徴とする光ファイバ用接着剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、光ファイバに悪影響を与える、しかも耐熱性に優れた光ファイバ用接着剤に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 プラスチック光ファイバには、芯材にメタクリル酸メチルを主体とした樹脂やポリカーボネートを主体とした樹脂を用い、鞘材にフッ化ビニリデン系共重合体やフッ化メタクリレート系共重合体を用いたものがある。これらのプラスチック光ファイバをコネクタに固定させたり、装飾ディスプレーを作製したりするときには接着剤を使用する。石英系光ファイバを接着する場合には、エポキシ樹脂と、トリエチレンテトラミン、メタキシリレンジアミン等のアミン系硬化剤とを配合して使用しているが、この接着剤をプラスチック光ファイバに用いた場合、アミン系硬化剤により接着する部分の鞘が茶褐色に変色し、伝送損失が大幅に増加するという欠点がある。(特開昭56-161485号公報、特開昭59-78230号公報)

プラスチック光ファイバにあまり悪影響を与えない硬化剤として、ポリチオール系化合物を用いる、エポキシ・ポリチオール系接着剤が使われている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 エポキシ・ポリチオール系接着剤の耐熱温度はせいぜい85°Cまでしかなく、125°C耐熱を要求される自動車エンジンルーム内等では使用できなかった。さらに耐熱温度の高い接着剤として、エポキシ化合物と酸無水物系硬化剤とを使った接着剤がある。しかし、硬化させるためには100°C以上の温度で数時間加熱する必要があるため、硬化中にプラスチック光ファイバに悪影響を与え、光が全然通らなくなってしまう、この様な状況下、光ファイバに悪影響をあたえず、125°Cの高温下で使用できる接着剤は未だ見つかっていない。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 発明者は、鋭意検討の結果、エポキシ樹脂と、硬化剤として芳香族第一アミン化合物とを用いることにより、耐熱性に優れ、光ファイバに悪影響を与えない接着剤を発明することができた。即ち、本発明は、エポキシ樹脂と芳香族第一アミン化合物とを含むことを特徴とする光ファイバ用接着剤である。

【0005】 本発明でいうエポキシ樹脂とは、分子内に2個以上のエポキシ基をもつ化合物のことである。例えば、ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールAD、テトラプロムビスフェノールA、フェノールノボラック、o-クレゾールノボラックなどの多価フェ

10

20

30

40

50

ノールと、エピクロルヒドリンとを反応させて得られるグリシルエーテル系エポキシ樹脂、ビニルシクロヘキセンジオキサイド、脂環式ジエポキシアセタール、脂環式ジエポキシアジペートなどの環状脂肪族エポキシ樹脂、ジグリシルフタレート、ジグリシルテトラヒドロフタレート、ジグリシルヘキサヒドロフタレート、ジメチルグリシルフタレート、ジメチルグリシルヘキサヒドロフタレート、ダイコー酸グリシルエステル、ダイコー酸グリシルエステル変性物、アロコティックジグリシルエステル、シクロアリファティックジグリシルエステルなどの、カルボン酸とエピクロルヒドリンとを反応させて得られるグリシルエステル系エポキシ樹脂、トリグリシルイソシアネート、ジグリシルヒダントインなどの複素環式エポキシ樹脂などがある。目的に応じて、単独で使用したり、2種以上のエポキシ樹脂を混合して用いることも可能である。このなかでも、ビスフェノールAとエピクロルヒドリンとを反応させて得られる、ビスフェノールAジグリシルエーテルを用いるのが好ましい。

【0006】 本発明でいう芳香族第一アミン化合物とは、メタフェニレンジアミン、ジアミノジフェニルメタン、ジアミノジフェニルスルファン、ジアミノジエチルジフェニルメタンなどの芳香族ジアミンや芳香族ポリアミンから誘導されるアミン化合物のことである。芳香族ジアミンや芳香族ポリアミンから誘導されるアミン化合物とは、エポキシ樹脂、エチレンオキサイド、プロピレンオキサイドなどのエポキサイドの付加、アクリロニトリル、アクリル酸エステル、アクリルアミドなどの不飽和化合物の付加、フェノール、クレゾールなどのメチロール化合物との反応、ケトン化合物との反応、カルボン酸との反応、反応性希釈剤による変性などによって生成される化合物のことである。目的に応じてこれらのアミン化合物を併用することも可能である。

【0007】 本発明の光ファイバ用接着剤の使用方法は、エポキシ樹脂と芳香族第一アミン化合物とを混合し、その混合物を光ファイバへ塗布する、という方法をとるのが望ましい。尚、芳香族第一アミン化合物が常温で固体のものは、ホットプレート上で加熱し、溶融させた状態でエポキシ樹脂とよく混合し、常温に戻してから光ファイバへ塗布するという方法をとつてもよい。

【0008】 また、エポキシ樹脂、芳香族第一アミン化合物の他に、目的や用途に応じて、2-エチル-4-メチルイミダゾールのようなイミダゾール類などの硬化促進剤、無機充填剤、顔料、反応性希釈剤、可塑剤、難燃剤、紫外線吸収剤などを添加することも可能である。本発明の接着材を硬化させる方法としては、80°C以下、より好ましくは50°C以下、25°C以上の温度で一度硬化させ、接着剤が流れなくなってから、100°C以上、より好ましくは120°C以上、125°C以下の温度で完全に硬化させる、方法を探るのが望ましい。

【0009】また、エポキシ樹脂と本発明の芳香族第一アミン化合物との混合比は、エポキシ樹脂中のエポキシ基1.0モルに対して、芳香族第一アミン化合物中のアミンの活性水素が0.9~1.1モル、より好ましくは0.9~1.0モルの割合となるように混合するのが望ましい。本発明の芳香族第一アミン化合物は、常温、もしくは、50°Cぐらいまでの比較的の低温の加熱で硬化させることができるので、接着剤の硬化中に光ファイバに与える影響が少ない。一度硬化させた後は、硬化物を完全に硬化させる目的で、さらに120°Cのような高温で数時間加熱しても、伝送損失の増加は小さい。また、硬化後は、主鎖にベンゼン環をもった、編み目状に架橋した樹脂となるので、耐熱性は高い。さらに、はっきりした理由はわからないが、芳香族第一アミン化合物は、トリエチレンテトラミンのような脂肪族アミンとは違い、完全硬化後は鞘材を変色させる等の悪影響は少ない。

【0010】また、本発明の接着剤を適用できる光ファイバには、芯も鞘もプラスチックからなるプラスチック光ファイバのみならず、芯材はガラスで、鞘材にポリマーを用いたポリマークラッド光ファイバも含まれる。その他、本発明の光ファイバ用接着剤の用途としては、光ファイバと光コネクタとの接着、光ファイババンドルや光ファイバスクリーン、看板などを作製する場合の光ファイバの固定、光カプラなどの光部品の作製や装置への固定などがあげられる。

#### 【0011】

【実施例】以下、実施例に基づき詳細に説明する。

#### 【0012】

【実施例1】光ファイバとして、芯にポリカーボネート、鞘にフッ化ビニリデンーテトラフルオロエチレンヘキサフルオロアセトン共重合体、被覆材に水架橋ポリエチレンを用いたものを使用した。このプラスチック光ファイバコードを、サンプルとして長さ2mほどとり、被覆材を20mmほど剥離させたものを準備し、そこに、エポキシ樹脂：AER331L（旭化成工業製）100重量部、硬化剤：4,4'-ジアミノジフェニルメタン27重量部で、調製した接着剤を室温で塗り、このまま60時間放置後、更に恒温槽で120°C、1時間加熱して、接着剤を完全に硬化させた。表3に示す通り、伝送損失の増加はなく、接着剤が光ファイバに与える影響はなかった。更に、同一サンプルの125°Cで1000時間加熱後の伝送損失の増加もほとんどなかった。

【0013】なお、光保持率は、光源として波長770nm、入射開き角0.15ラジアンの光を用い、接着剤塗布前の透過光量を100%として、硬化後、125°C×100時間の耐熱試験後の値を計算した。

#### 【0014】

【実施例2】実施例1と同じプラスチック光ファイバコードを使用して、エポキシ樹脂：AER331L（旭化成工業製）100重量部、硬化剤：4,4'-ジアミノジフェニルメタン33重量部で、調製した接着剤を室温で塗り、まず恒温槽で50°Cに加熱して、このまま15時間維持し、更に、恒温槽で120°C、1時間加熱して、接着剤を完全に硬化させた。表3に示す通り、伝送損失の増加は少なく、接着剤が光ファイバに与える影響はほとんどなかった。更に、125°Cで1000時間加熱後の伝送損失の増加もほとんどなかった。

#### 【0015】

【実施例3】実施例1と同じプラスチック光ファイバコードを使用して、エポキシ樹脂：AER331L（旭化成工業製）100重量部、硬化剤：ジアミノジエチルジフェニルメタン22重量部、硬化剤：4,4'-ジアミノジフェニルメタン10重量部で、調製した接着剤を用い、他は実施例2と同様に行った。表3に示す通り、伝送損失の増加はほとんどなく、接着剤が光ファイバに与える影響はほとんどなかった。また、125°Cで1000時間加熱後の伝送損失の増加もほとんどなかった。

#### 【0016】

【比較例1】実施例1と同じプラスチック光ファイバコードを使用して、エポキシ樹脂：AER331L（旭化成工業製）100重量部、硬化剤：市販ポリチオール系硬化剤100重量部で、調製した接着剤を室温で塗り、このまま24時間放置、硬化させた。表3に示す通り、125°Cで1000時間加熱後は、光は全然透過しなかった。

#### 【0017】

【比較例2】実施例1と同じプラスチック光ファイバコードを使用して、エポキシ樹脂：AER331L（旭化成工業製）100重量部、硬化剤：メチルヘキサヒドロ無水フタル酸45重量部で、調製した接着剤を用い、恒温槽で120°C、1時間加熱して、硬化させた。結果は表3に示す通り、光は全然透過しなかった。

#### 【0018】

【比較例3】実施例1と同じプラスチック光ファイバコードを使用して、エポキシ樹脂：AER331L（旭化成工業製）100重量部、硬化剤：イソホロジニアミン21重量部で、調製した接着剤を室温で塗り、このまま4時間放置、更に、恒温槽で80°C、1時間加熱して、接着剤を硬化させた。結果は表3に示す通り、125°Cで1000時間加熱後の光保持率は50%となつた。

#### 【0019】

#### 【表1】

接着剤		
実施例1	エポキシ樹脂: AER 331L 硬化剤 : 4, 4' -ジアミノジフェニルメタン	100部 27部
実施例2	エポキシ樹脂: AER 331L 硬化剤 : ジアミノジエチルジフェニルメタン	100部 33部
実施例3	エポキシ樹脂: AER 331L 硬化剤 : ジアミノジエチルジフェニルメタン 4, 4' -ジアミノジフェニルメタン	100部 22部 10部

尚、硬化剤が常温で固体のものはホットプレート上で加熱し、溶融させた状態でエポキシ樹脂と混合し、一旦常温に戻した。

【0020】

\* \* 【表2】

接着剤		
比較例1	エポキシ樹脂: AER 331L 硬化剤 : 市販ポリチオール系硬化剤	100部 100部
比較例2	エポキシ樹脂: AER 331L 硬化剤 : メチルヘキサヒドロ無水フタル酸	100部 45部
比較例3	エポキシ樹脂: AER 331L 硬化剤 : イソホロンジアミン	100部 21部

尚、硬化剤が常温で固体のものはホットプレート上で加熱し、溶融させた状態でエポキシ樹脂と混合し、一旦常温に戻した。

【0021】

【表3】

	硬化条件	硬化直後の光保持率 [%]	125°C1000時間後 の光保持率 [%]
実施例1	常温60時間+ 120°C1時間	100	95
実施例2	50°C15時間+ 120°C1時間	95	88
実施例3	50°C15時間+ 120°C1時間	98	95
比較例1	常温 24時間	100	0
比較例2	120°C 1時間	0	0
比較例3	常温4時間+ 85°C1時間	100	50

## 【0022】

【発明の効果】本発明の光ファイバ用接着剤は耐熱性に優れ、光ファイバへの悪影響が少ない。例えば、プラス

チック光ファイバへ接着硬化した状態で、125°Cの高温下に長時間放置しておいても、光保持率の低下は小さいという優れた特性をもつ。